

一种萃取方法及其装置

技术领域

本发明涉及一种萃取方法及其装置，尤其是一种利用非线性振动及临界萃取原理进行萃取的方法及其装置，可以应用于中药及植物的萃取。

背景技术

中药是中国传统医药，用中药防病治病在中国具有悠久的历史。世界卫生组织也向各国推荐使用传统中药，希望人们可以吃到安全、高效、速效、方便的中药。然而由于中药的生产工艺，尤其是提取分离工艺相对比较落后，难以实现产品质量控制的标准化和规范化，中药一直难以在国际市场进行注册、合法销售与使用。

近几年，传统中药生产中使用不锈钢多功能萃取罐、外循环蒸发、多效蒸发器、流化干燥器等现代化设备。中成药的剂型也有所发展，具有颗粒剂、片剂、胶囊剂及口服液等剂型。但是，总体来说，传统的中药提取工艺基本上仍然是“一锅汤”熬制法，或在高温下（95℃以上）以水和酒精进行粗提取，即“水提法”或“醇提法”，或者附加了低温干燥和超细粉碎。这种传统中药加工方法由于缺乏科学、严格的工艺操作参数，不仅能耗高、效率低，而且由于高温是提取的必要条件，从而破坏了药物中的一部分活性物质，只能提取部分有效成分，其余有效成分在生产过程中被破坏、流失或残留在药渣中废弃，不仅影响中药提取率，造成环境污染，而且导致疗效不稳定、产品颜色味道差以及内在质量不稳定等缺点。

因此，在中药研究开发及产业化进程中，出现了超临界流体萃取技术，其是应用于医药提取纯化方面较新的技术。超临界流体对物质进行溶解和分离的过程就叫超临界流体萃取（Supercritical Fluid Extraction, 简称 SFE）。一般优选 CO₂ 进行超临界萃取，其基本原理为：CO₂ 的临界温度（T_c）为 31.05℃，临界压力（P_c）为 7.38MPa，当处于这个临界点以上时，CO₂ 同时具有气体和液体双重特性。它既近似于气体，粘度与气体相近，又近似于液体，密度与液体相近，是一种优良的溶剂，能通过分

子间的相互作用和扩散作用溶解许多物质。同时，在稍高于临界点的区域内，压力稍有变化，即引起密度的很大变化，从而引起溶解度的较大变化。因此，超临界 CO₂ 可以从基体中将物质溶解出来，形成超临界 CO₂ 负载相，然后降低压力或升高温度，超临界 CO₂ 的溶解度降低，这些物质就沉淀（解析）出来，与 CO₂ 分离，从而达到提取分离的目的。由于不同的物质在 CO₂ 中的溶解度不同或同一物质在不同的压力和温度下溶解状况不同，使这种提取分离过程具有较高的选择性。

但是，超临界 CO₂ 萃取也有难以克服的缺点。首先，这种提取方法的成本相对较高，由于 CO₂ 在超临界状态下工作，必须使用大功率空气压缩机，对 CO₂ 气体进行压缩循环，而且持续整个提取过程；这样导致电力能源消耗量大，成本很高。其次，高压下的气体都具有一定的危险性，导致操作安全问题。而且，超临界 CO₂ 的溶解度还是不如液体溶解度大，使得这种萃取方法的生产效率也相对较低。另外，超临界萃取技术比较适合单一组分的提取，但又不能保证提取出完全的单一组分，所以也不适合中药或植物的全组分提取。

近年来在研究中药和有关植物的有效成分时，发现有些中药的粗提取物比其中的某一种纯品成分的生物活性好，毒副作用也小。如日本学者左藤昭彦等在使用人子宫颈癌细胞培养物筛选中药的抗癌活性时，发现具有抗癌活性的某些类提取物，越纯化活性越高，同时毒性也越大，另一类提取物的活性很强，无毒性，越纯化，其活性越低。再如萝芙木根的浸出特长期服用，没有阴利血平所引起的抑郁症等副作用。这些都说明了一种生物活性指针，是多种成分彼此协同作用而达到的。所以，传统的高温提取法，无论是水提还是醇提，都会破坏药物中原有的部分活性物质，可能会导致某些毒副作用的产生。而超临界萃取技术也不能保证提取出完全的单一组分，或者进行全组分提取，所以在这方面也有一定局限性。

综上所述，目前中药及有关植物有效功能成分的提取工艺存在严重落后与不足，研究并开发具有保护中药及植物中有效成分不致损失和破坏，同时又保证提取出几乎全组分的新工艺方法，对于中药、植物或其

它物质材料的几乎全组分的提取，具有重要的理论和现实意义。

发明内容

本发明的目的在于提供一种萃取方法，该方法可以在常温下对中药或植物进行提取，不仅保证中药或植物组分的生物活性，而且可以实现中药或植物的几乎全组分提取，克服了现有提取工艺破坏部分组分的生物活性或只能进行部分提取的缺点，可以广泛应用于中药、化工、食品等领域有效成分的提取。

对于非线性振动，本发明人进行了多年的研究，而且在发明人的申请号为 85102855 的发明专利中也公开了对非线性振动的原理和应用装置的研究。本发明提供的方法采用非线性振动临界萃取，以促进物质在水中的溶解和乳化。其基本原理在于，在一定的压力下，水会处于临界状态，非线性振动装置会使水产生不同频率以不同振幅的波动，由于水在不同频率下对不同物质的吸收度不同，使得这时的水可以对不同的物质都有很高的溶解度，不仅可以溶解水溶性物质，而且促使脂溶性物质进行乳化，从而提取出来。本发明的方法中使用 18KHz—33KHz 频率范围已经可以使原料组分几乎可以全部提取出来，所以可以应用于中药（包括动物药）以及植物等多种原料的萃取，也可以是任何适合使用本发明方法进行萃取的物质，应用范围十分广泛。所以，本发明提供的方法可以应用于中药制剂或片剂的制备，实现中药的规范化和标准化，也可以应用于植物汁液的萃取，及动物有效成分的萃取，涉及到中药、保健品、食品和化妆品等行业，具有重要的实际应用价值。

本发明方法采用在高压条件下使水处于临界状态而进行萃取，萃取过程中压力可以维持恒定，也可以在一定范围内变化。一方面，高压有利于物质的破壁处理，使得物质易于溶解。另一方面，从现有技术已知，水在高压临界状态附近，四个水分子小团簇聚在一起组成二环八聚物，这些二环八聚物可以进一步聚合成高对称 280 分子的二十面体的水团簇。它们可以环连、镶嵌最终占据整个空间。通过水的环五聚物和三环十聚物混合得可以到同样的结果。采用本发明方法高压条件 25MPa—35MPa，水的结构发生上述变化，导致此时的溶解度最大，使得原料中的水溶性

物质彻底溶解，而且在超声波的非线性振动作用下，脂溶性物质也在水中极度乳化，使得提取液几乎没有沉淀。

本发明萃取方法，包括如下步骤：

将原料粉碎、浸泡，装入萃取装置，在 25MPa—35MPa 压力和 0℃—50℃的条件下，在 18KHz—33KHz 频率范围内非线性振动下，以水为溶剂进行萃取，即可得到含有原料活性组分的萃取液。

原料的粉碎和浸泡过程都是为了便于萃取，粉碎可以是粗处理，大小适中；浸泡时间则因原料不同以及粉碎程度不同而有所差异，基本以水完全浸透原料为宜。

根据本发明的另一方面，优选萃取温度为 20℃—50℃，即低温下（相对于现有技术中的温度）进行。因为低温萃取既可以保证组分的生物活性，又节省传统工艺加热处理的过程，具有一定的先进性。

原料与水溶剂质量比为 1: 3—5，相对于传统水提法中原料与水溶剂 1: 10 的比例，可以大量节省萃取过程中的水资源，相对于醇提法节省大量有机溶剂乙醇的使用，并且减少后续工艺中浓缩干燥时间或脱醇步骤，可以极大地降低成本。

萃取时间为 1—3 小时，优选 2 小时。本发明方法采用非线性振动和临界高压条件，可以大大增强水的溶解度，提高萃取率，在很短的萃取时间内已经可以将药物或植物中进行几乎全组分萃取完全，相对于传统的长时间熬制具有很高的提取效率。

本发明方法得到的萃取液由于经过非线性振动和临界高压处理，已经消毒灭菌，为了便于运输和使用方便，可以直接进行液体包装，或者进行浓缩、干燥处理，制成胶囊、针剂、粉剂、口服液或其它适合的包装形式。

由于本发明方法可以溶解水溶性和乳化脂溶性的物质，所以适用多种物质的萃取，即原料可以是中药（包括动物药）或植物，甚至是任何适合使用本发明方法进行萃取的物质。例如，应用本发明方法不仅可以进行中药几乎全组分提取，而且可以进行植物（包括水果）汁液的提取，动物中有效成分的提取，可以广泛应用于中药（包括保健品）加工业、

化工、食品业等领域。

本发明的另一目的还在于提供一种萃取装置，该装置可进行非线性振动临界萃取，其包括萃取罐，该萃取罐具有罐体和顶盖，密封罐体和顶盖的密封结构，以及可向罐体输入水和输出萃取液的管道接口；其特征在于该装置还具有与萃取罐相连，使萃取罐内部保持 100Mpa 以下高压的高压泵；在萃取罐内部设置有原料罐和发出振动频率在 18KHz—33KHz 范围内的非线性振动装置；所述顶盖上设有一出气孔和一导线连接孔，该出气孔与一密封阀相连，通过该导线连接孔可将所述非线性振动装置与萃取罐的外部电源相连，一供水系统与所述输入水的管道接口相连，以向所述萃取罐输入水，一料泵与一料液罐通过输出萃取液的管道接口和所述萃取罐相连接。高压泵为现有公知技术，其可实现萃取罐内保持高压，从而将水处于临界状态，而萃取罐内的非线性振动装置在水处于临界状态下发出非线性振动，进而使原料罐内的原料进行全组分的溶解和萃取，由于出气孔的设置，可方便的实现气体的排出和进入，从而使萃取液的排出更充分和便捷，而导线连接孔的设置，可在保证密封和绝缘的同时，将非线性振动装置与外部电源相连，使非线性振动装置直接浸入液体中，进而进行非线性振动。

可以将非线性振动装置设置成一串由多个非线性振动器组成，相邻非线性振动器的轴线相互异面垂直，所述非线性振动器具有两端头部，该端头部具有输出曲面，在两端头部之间设有振动片，在振动片的外部设有绝缘层，一导线连接振动片和萃取罐的外部电源。这种形式的振动装置，可实现均匀、充分地对萃取罐内的液体及原料进行非线性振动。

还有，可以在所述罐体外侧还设有使萃取罐内液体循环的循环泵，使液体循环，保证萃取均匀，快速。

另一方案中，于所述萃取罐的外部设置一使萃取罐内温度处于 20℃—50℃ 的温控装置，从而保证萃取在常温范围内进行，更有利于脂溶性物质的萃取。

本发明可对本发明前述的装置提供净化水系统，因此，本发明提供的另一萃取装置进一步包括水处理器，储水罐及向萃取罐输入水的水泵。

在本发明的另一优选方式中，设置浓缩系统可将萃取罐内的萃取液进一步浓缩，从而满足产品的后序加工。

再一方面，如上所述的萃取装置中，可以使用一超声雾化装置，其包括设在顶部的空气过滤器，中部的雾化室，位于雾化室下方的集气室和排气风机，在雾化室中设置多个超声波发生器，在雾化室侧壁上设有用来输入萃取液的进液口和排出浓缩液的出液口。

从本发明方法的描述可知，该萃取过程必须满足高压和非线性振动两个条件，才能够实现用水提取原料。本发明方法具有现实可行性，其原因在于本发明方法应用各个相关技术领域中的公知原理，将现有技术进行巧妙的结合，应用于其他领域，从而达到意想不到的效果。非线性振动条件可以根据本发明人上述的在先专利，制备非线性振动装置，实现所述的频率范围，该频率范围属于超声波的非线性振动。应用超声波的振动使物质破壁，促进溶解，是公知的现有技术。高压也是现有条件下可以实现的技术。而水的临界状态下的物理特性也是现有技术。

本发明的优势就在于利用现有技术中的超声波非线性振动、临界水结构变化以及超临界萃取等原理，在高压常温条件下用水作溶剂，进行非线性振动，几小时内就可以对中药或植物的活性成分进行几乎全组分提取，不仅保留了超临界 CO_2 萃取的优点，而且克服了其无法解决的缺陷。可以广泛应用于中药、化工、食品等领域有效成分的提取。其具体优点说明如下：

1. 本发明方法及装置的萃取率大大提高。本发明方法及装置可以使得中药或植物中水溶性和脂溶性成分都能在常温下用水提取出来，而且几乎可以进行全组分提取，从而大大提高产品收率和资源的利用率。

2. 本发明方法及装置常温下萃取，可以完好地保存中药或植物中的有效成分不被破坏，特别适合那些对热敏感性强、容易氧化分解破坏的成分的提取，同时保留原料的原味，克服了传统中药熬制法或水提、醇提加热回流法制备得到中药可能发生炭化而导致的苦味，在实际应用中具有重要的价值。

3. 本发明方法及装置以水作溶剂，可以免除传统方法中脱醇过程或

超临界流体萃取方法中与流体分离步骤，不仅减少生产程序，节约成本，而且水溶剂对中药或植物不可能产生任何化学变化，充分保证中药或植物的活性成分不遭到破坏。

4. 本发明方法及装置采用水作溶剂，与超临界 CO_2 相比，由于水的溶解度要远远大于超临界 CO_2 ，从而提高萃取率，提高生产效率，在实际生产中具有很高的先进性。

5. 本发明方法及装置采用水作溶剂，与超临界 CO_2 相比，无需高压空气压缩机在整个提取过程中进行运作，节省生产成本，而且由于水的不可压缩性，对水进行高压处理要远远易于对气体进行压缩，能耗仅是现有技术的几十分之一，整个生产工艺更加易于操作。

6. 本发明方法及装置采用水作溶剂，与超临界 CO_2 萃取方法相比，由于气体在高压情况下都具有一定的危险性，本发明方法具有更可靠的安全性。

7. 本发明方法的生产工艺简单，操作方便，节省劳动力和大量有机溶剂，减小三废污染。而且本发明装置装料、进水、提取、浓缩一体化，不仅有利于 GMP 标准的实施，而且体积小，萃取罐容积大约 140L 左右，却相当于现有生产技术中 1 吨罐的产量。

8. 本发明方法及装置由于在高压下临界萃取，因而还具有抗氧化、灭菌作用，有利于保证和提高产品质量，一般产品从萃取罐出来时，基本已经可以作为成品，只需简单的后续浓缩、干燥程序。

9. 本发明方法及装置虽然采用水作溶剂，但是利用非线性振动和临界高压萃取，可以提取原料中的水溶性和脂溶性组分，因而可以对多种原料进行萃取，包括中药（植物药和动物药）以及植物，甚至是任何适合使用本发明进行萃取的物质。

10. 采用本发明方法和装置进行萃取，由于没有使用有机溶剂，而且在常温下进行，没有化学变化发生的条件，几乎可以实现原料全组分提取，减少由于部分提取中药有效成分而导致产生毒副作用的可能性。

附图说明

图 1 为本发明的萃取装置的一实施例的组装平面图；

图 2 为萃取装置的萃取罐的局部剖面图；

图 3 为图 2 所示萃取罐的俯视图；

图 4 为料筒与振动器连接的主视图；

图 5 为磁力泵的剖面图；

图 6 为非线性振动装置的结构示意图；

图 7 为非线性振动器的剖面图；

图 8 为振动超声雾化的结构示意图；

图 9 为图 1 所示非线性振动萃取装置的主视图；

图 10 为阿魏酸对照品的液相色谱图；

图 11 为应用本发明方法及装置第一次提取液的液相色谱图；

图 12 为应用本发明方法及装置第二次提取液的液相色谱图；

图 13 为应用乙醇回流加热法的提取液的液相色谱图；

图 14 为应用本发明方法及装置提取后药渣进行先水洗后醇提的提取液的液相色谱图。

具体实施方式

首先参照图 1，其为根据本发明一优选实施例，示出萃取装置的组装示意图，如图所示，大致可将该萃取装置分为供水系统，萃取系统和浓缩系统。考虑到本装置可用于制药和食品行业，本实施例的装置按 GMP 标准要求而设置。

供水系统向萃取系统提供符合萃取要求的水，由水处理器 1，储水罐 2 和水泵 3 等组成，水处理器 1 采用目前公知的净化水的方法和装置，如大孔吸附树脂或活性炭过滤装置，自来水等水源通过进水口 4 进入水处理器 1 经过净化后，进入储水罐 2，其可通过水泵 3 输入至萃取罐 5 内。

萃取系统可在 25MPa—35Mpa 的高压和振动频率在 18KHz—33KHz 范围内的非线性振动的条件下实现对置入萃取罐 5 内的原料进行全组分的萃取，萃取出所需要的成分，形成萃取液，其包括可承受 100Mpa 压力的萃取罐 5，高压泵 6，料泵 7，料液罐 8，内筒 23，非线性振动装置 24 和空气压缩机 32 等，高压泵 6 连接于储水罐 2 和萃取罐 5 之间，其可以向萃取罐 5 内泵入高压水，从而使密闭的萃取罐 5 内的压力达到预定值。

萃取罐 5 是实现本发明的非线性振动临界萃取方法的主要设备, 只有在萃取罐 5 内实现常温, 高压和非线性振动的条件, 才可对置于其内的原料进行常温全组分萃取, 其结构如图 2 所示, 具有呈圆柱形的罐体 9, 顶盖 10, 密封垫圈 19 及两个半圆环形的卡箍件 11, 通过用螺栓将两个卡箍件 22 进行紧密连接, 可将罐体 9 和顶盖 10 紧固, 从而实现萃取罐 5 的密封。为满足罐体 9 可承受高压的要求, 罐体 9 采用高强度低合金钢锻造并通过焊接而制成, 罐体 9 的内壁附有一层不锈钢材料的衬里 12。在罐体 9 的侧壁上下端附近径向对称地设有四个管道接口 N4, N5, N6 和 N7, 经供水系统净化后的水或其它液体可通过水泵 3 经由接口 N7 输入萃取罐 5 中, 而接口 N6 则可以用来排出萃取液。在每个接口外接的管道上设置有三通件 13, 在两个三通件 13 之间还设置有磁力泵 14, 图 5 示出了磁力泵 14 的结构, 该磁力泵 14 可促使萃取罐 5 内的高压液体在罐体 9, 接口和外部管路之间进行循环。在罐体 9 的外侧还设有加热保温 33, 其可实现对罐体 9 进行辅助性的加温和保温, 满足萃取温度处于 20℃—50℃, 从而既保证脂溶性物质的萃取, 又保证提取组分的生物活性。顶盖 10 覆盖在罐体 9 的上方, 由不锈钢材料制成, 其外径尺寸大致相等。如图 3 所示, 罐体 9 上设置有贯通其上下表面的出气孔 N1, 导线连接孔 N2, 压力表连接孔 N3 和位于其中心部位的吊耳 21, 出气孔 N1 外接出气管和密封阀 18; 导线连接孔 N2 则可在保证绝缘和压力密封的条件下, 将外部电源通过该孔引入到萃取罐 5 中; 顶盖 10 上的压力表通过压力表连接孔 N3 直接与萃取罐 5 内部相通, 压力表可实时显示萃取罐 5 内部的压力值。

卡箍件 11 的剖面呈侧 U 形, 具有两侧耳部 20, 在侧耳部 20 上设置有可通过螺栓的通孔, 卡箍件 11 可相对罐体 9 进行径向位移, 当将两卡箍件 11 分别向罐体中心移动, 侧耳部 20 彼此相对, 可使用螺栓将侧耳部 20 相连, 由于其内侧具有呈圆弧形的凹槽, 因此可将顶盖 10 和罐体 9 的凸形法兰 22 容置其内, 随着螺栓的紧固, 进而实现顶盖 10 和罐体 9 之间的密闭。

内筒 23 位于罐体 9 内部, 其长度略小于罐体 9 的筒深长度。内筒 23

包括支架 25, 套裹于支架 25 外部的滤布袋 26, 如图 4 所示, 支架 25 由不锈钢材料制成, 大体呈圆柱形, 其顶端中心设有吊钩 27, 吊钩 27 用来吊挂非线性振动装置 24, 保证非线性振动装置 24 位于萃取罐 5 的中心处。

如图 6 所示, 其示出了非线性振动装置 24 的结构示意图, 其由 12 个依次连接的可发出非线性振动的振动器 28 组成一串状体, 悬挂于支架 25 上的吊钩 27 之上, 振动器 28 相对于罐体 9 横向设置, 并且相邻的振动器 28 的轴线相互垂直, 由于该非线性振动装置 24 直接浸于高压水中, 因此其连接导线既要保证高压条件下与水的绝缘, 且要保证在高压条件下通过顶盖 10 上的导线连接孔 N2 与外部电源相连, 从而实现非线性振动。图 7 示出了振动器 28 的剖面图, 其包括两个具有输出曲面的端头部 29, 在两端头部 29 之间夹置有压电陶瓷振动片 31。在振动片 31 的外部设有绝缘层 37, 与其周围的液体绝缘。振动片 31 通过导线与外部电源连接通电后, 由于磁致伸缩效应可进行非线性振动, 这样可满足不同的成分只有在不同频率波的振动下才能够萃取的条件, 从而实现全组分萃取。端头部 29 的端部呈半球形, 这样可将振动器 28 的波的传输平面改为曲面, 从而使各振动波都能够达到最大振幅。另外, 为了保证对罐体 9 内的原料都受到均匀的非线性振动, 将多个振动器 28 横向组装成串状体, 其长度大致等于罐体 9 的内部长度, 而且相邻振动器 28 的轴线异面垂直。

管道接口 N6 通过三通件 13 和料泵 7 与料液罐 8 连接, 料泵 7 可将经过非线性振动临界萃取后的萃取液抽入至料液罐 8 内。在顶盖 10 上还设置一通孔与外部的空气压缩机 32 相连, 在萃取步骤完成后, 空气压缩机 32 可向密闭的萃取罐 5 内充入压力气体, 进一步将残留在原料中及原料间隙内的萃取液压榨出来, 再通过料泵 7 抽出, 提高原料的利用率。

作为本发明萃取装置还可包括浓缩系统, 其可将萃取系统中萃取出的萃取液进行浓缩, 干燥等处理, 从而满足制品后序加工的要求。在本实施例中, 采用超声雾化装置 34 进行浓缩, 其与料液罐 8 相连接, 将萃取液导入该装置中, 如图 8 所示, 其示出了该振动超声雾化装置 34 的主要结构, 主要包括设在设备顶部的空气过滤器 43, 中部的雾化室 40, 位于雾化室 40 下方的集气室 45 和排气风机 47, 在雾化室 40 中设置多个超

声波发生器 44，在雾化室 40 侧壁上设有用来输入萃取液的进液口 41 和排出浓缩液的出液口 42。

本实施例的非线性振动临界萃取装置，经过组装后，如图 1 和图 9 所示，所有系统都集中组合在框架 35 内，在框架 35 上可另外设置送料系统，以取代人工送料，另外还可在该框架 35 上设置一起重设备，如起重滑轮组或小型起重机，电控柜 36 设置在框架 35 的一侧，以实现对上述组件的集中控制。该装置组装后仅占地 4 平方米，适用于生产面积和能源消耗要求较高的企业和单位。该装置的各系统即可相对独立，又可方便接合，结构简单，能源耗费很低。

在实施本发明的萃取方法而对植物或药物进行萃取时，首先将内筒 23 置于罐体 9 中，内筒 23 的结构为包裹有滤布袋 26 的支架 25，在支架 25 的吊钩 27 上悬挂有非线性振动装置 24，非线性振动装置 24 位于罐体 9 的中心处，其导线与外部电源相连。将浸泡好的原料装入滤布袋 26 内后，将顶盖 10 覆盖于罐体 9 之上，用螺栓将两卡箍件 11 紧密连接，从而将顶盖 10 与罐体 9 密封。

关闭其它管道接口和阀门，开启顶盖 10 上的密封阀 18 和水泵 3，将储水罐 2 内的水通过管道接口 N7 从罐体 9 底部输入至萃取罐 5 内，直至充满整个罐体 9 的内部空间，将内筒 23，原料及非线性振动装置 24 浸于水中，当罐体 9 内的空气通过出气孔 N1 排出罐外后，关闭密封阀 18 和水泵 5。

启动高压泵 6，将萃取罐 5 内的压力升至并保持在预定值，水处于高压临界状态，启动非线性振动装置 24，使其开始进行非线性振动，并启动两个磁力泵 14，加速高压水的流动，增加其对各组分的溶解，进而实现全组分的萃取。

振动结束后，开启密封阀 18 和料泵 7，将萃取液抽入料液罐 8 内，为进一步抽取萃取液，再将空气压缩机 32 与出气孔 N1 相连，向萃取罐 5 内充入压力气体，通过气体的压力将存留在原料内及原料间隙内的萃取液压出。

浓缩系统的超声雾化装置可对萃取液进行浓缩，以满足制剂或其它

标准的要求。萃取液自料液罐 8 通过进液口 41 进入雾化室 40，启动超声波发生器 44，将萃取液中的水形成雾状而挥发出来，经过排气风机 46 将其排出，从而可将萃取液浓缩，且保持该萃取液的生物活性不受影响，浓缩后的萃取液经出液口 42 排出，以进行包装或其它工序。

在进行罐体清洗时，可直接启动水泵 3 向罐体 9 内注水进行清洗，清洗后的水可通过管道接口直接排到外部。

本发明的装置并不局限于上述优选实施例，还可以有多种改变。如在供水系统的储水罐 2 中设置加热装置，使水达到常温，另外在水供应充足的条件下，可直接将满足条件的水源连入萃取系统，而取消供水系统。

在其它的优选实施例中，可以使用其它形式的如机械式或电磁式的非线性振动装置和循环泵体来进行非线性振动和促进液体循环。顶盖 10 和罐体 9 的密封，采用现有技术公知的双锥密封或平垫密封等形式。此外，也可以采用其它公知的浓缩设备对萃取液进行浓缩，如膜分离装置 38。

本发明方法的优选实施例如下所述：

实施例 1、应用本发明方法及装置萃取当归

本实施例以当归的提取为例。由于药典以当归中阿魏酸的含量作为评价标准，而阿魏酸是脂溶性物质，应用本发明方法和设备，进行相关对照实验，可以充分说明本发明方法不仅能够以水为溶剂同时提取水溶性和脂溶性成分，并且具有一定提取率，提高药材或植物的利用率。

原料：当归，为伞形科植物当归 (*Angelyca sinensis*(Oliv.)Diels) 的干燥根。本次实验的当归的生产厂家为华龙中药饮片厂，规格为饮片，批号为 200330621。当归饮片粗粉碎，备用。

称取当归粗粉 5kg，常温下浸泡 12 小时，投入萃取罐，然后加入常温水大约 15kg，升高压力，然后保持在 25MPa，温度维持在 22℃左右，启动本发明的非线性振动装置，进行萃取，萃取时间为 1.5 小时，得到萃取液，为淡橙黄色较透明的乳化液，其比重为 1.004，液体无苦味，保持当归的原味清香，几乎无沉淀，置放 2 周后，仍然保持乳化液状态，没

有新的沉淀析出，说明当归提取液的性能十分稳定。

实施例 2、应用本发明方法及装置萃取当归

对实施例 1 中残留的药渣，向萃取罐中再加入常温水溶液 15kg，进行第二次萃取，压力保持在 30MPa，萃取温度适当升高到 30℃，萃取时间为 1 小时，得到萃取液，为淡橙黄色较透明的乳化液，其比重为 1.000，液体无苦味，保持当归的原味清香，几乎无沉淀，置放 2 周后，仍然保持乳化液状态，没有新的沉淀析出，说明当归提取液的性能十分稳定。

实施例 3、应用本发明方法萃取当归

称取当归粗粉（与实施例 1 中当归粗粉为同一批次）5kg，常温下浸泡 12 小时，投入萃取罐，然后加入常温水溶液大约 15kg，萃取条件如表 1 所示。

表 1:

	工作压力 (MPa)	振动时间 (min)	提取温度 (°C)
萃取条件	25.0	10	35
	27.0	10	35
	29.5	20	35
	35.0	20	35

得到提取液为淡橙黄色较透明的乳化液，其比重为 1.002，液体无苦味，保持当归的原味清香，几乎无沉淀，置放 2 周后，仍然保持乳化液状态，没有新的沉淀析出，说明当归提取液的性能十分稳定。

实施例 4、采用本发明方法的当归提取液中阿魏酸含量的测定

按照中国药典 2000 版一部附录 VI D 中提供的高效液相色谱法进行检测。

1) 阿魏酸对照品的液相色谱

阿魏酸对照品 0773—9910（中国药品生物制品检测所提供）

精细称取阿魏酸对照品 0.0050g，加甲醇制成每 1ml 含 10 μ g 的溶液。精密吸取对照品溶液 10 μ l，注入高效液相色谱仪（STD-10Avp，日本刀津公司）测定色谱，得到阿魏酸对照图谱，如图 10 所示，纵坐标为时间

(分钟), 说明阿魏酸在 30 分钟左右出峰。

2) 实施例 1 的当归提取液中阿魏酸含量的检测

取实施例 1 中萃取得到的提取液, 精细吸取 15ml, 置于具塞锥形瓶中, 精密加入 90% 甲醇溶液—盐酸 (100: 1) 混合溶液 10ml, 称定重量, 超声处理 30 分钟, 放冷至室温, 再称定重量, 用上述混合液补足减少的重量, 滤过, 取续滤液, 即得。精密吸取 10 μ l, 注入高效液相色谱仪, 得到色谱, 如图 11 所示。由色谱仪的数字处理机, 可以计算得到: 每公斤生药含阿魏酸 0.1803 克。

3) 实施例 2 的当归提取液中阿魏酸含量的检测

取实施例 2 中萃取得到的提取液, 阿魏酸含量检测过程如上 2) 所述, 得到液相色谱图, 如图 12 所示。最后计算每公斤生药含阿魏酸 0.0577 克。与实施例 1 的提取液检测结果对比, 说明使用本发明方法一次提取后, 已经将药液中的大部分阿魏酸提取出来。

对照例 1、使用乙醇连续回流提取当归

称取当归粗粉 (与实施例 1 中当归粗粉为同一批次) 600g, 用 6 倍量的 70% 乙醇加热回流提取两次, 第一次 4 倍量, 第二次 2 倍量, 每次 2 小时, 滤过, 合并滤液, 滤液回收乙醇, 浓缩至 1000ml (即每 ml 提取液相当于 0.6g 当归饮片), 得到深棕色较透明的液体, 液体有苦味, 有轻微沉淀。

回流提取后的药渣加 3 倍量的 70% 乙醇加热回流提取 2 小时, 滤过, 滤液回收乙醇并浓缩至 1000ml (即每 ml 提取液相当于 0.6g 当归饮片), 得到深棕色较透明的液体, 液体有苦味, 有轻微沉淀。

本对照例说明, 使用乙醇提取的传统方法, 乙醇使用量相对于原料量比例很高, 而且提取液需要过去去除乙醇的步骤, 不仅乙醇消耗量大, 而且工艺繁琐。得到的产品由于经过高温处理, 部分成分发生变化, 丧失活性, 有苦味产生, 产品的外观和味道都不如由本发明方法得到的产品。

对照例 2、实施例 2 提取后的药渣水洗后使用乙醇连续回流提取

在实施例 1 中使用本发明方法提取后残留的药渣, 称取 1.35kg (相

当于干药材 600g), 温水冲洗后, 加 1800ml 的 70%乙醇加热回流提取 2 小时, 滤过, 滤液回收乙醇并浓缩至 1000ml (即每 ml 提取液相当于 0.6g 当归饮片), 得到淡黄色较透明液体, 有轻微沉淀。

本对照例是为了在下一步检测结果对照例 3 中进一步说明本发明方法的效果。

对照例 3、阿魏酸含量检测结果的对照

1) 对照例 1 的提取液中阿魏酸含量的检测

取对照例 1 中得到的回流提取液, 检测过程如实施例 4 中 2) 所述, 得到液相色谱图, 如图 13 所示。最后计算得到每公斤生药含阿魏酸 0.4952 克。

虽然该对照例中阿魏酸的含量要高于使用本发明方法得到的阿魏酸, 但是由于当归中的有机成分除阿魏酸之外还有阿魏酸钠、阿魏酸酯等十几种成分, 采用乙醇提取的方法阿魏酸含量高的原因是由于阿魏酸酯类脱脂而生成阿魏酸, 从而改变了原料组分。本发明方法使用水作溶剂, 基本不改变原料组分, 也不破坏组分的生物活性。该对照例从实质上说明传统的乙醇提取方法改变原料组分, 而本发明方法是进行全组分提取, 不改变组分活性, 不发生化学变化。

2) 对照例 2 的提取液中阿魏酸含量的检测

取对照例 2 中得到的提取液, 精密吸取 1ml, 加入纯化水 14ml, 其余检测过程如实施例 4 中 2) 所述, 得到液相色谱图, 如图 14 所示。

该对照例图中无阿魏酸的峰值, 说明不含有阿魏酸, 表明残渣中已经不含有阿魏酸。说明采用本发明方法非线性临界萃取后, 原料中的阿魏酸和阿魏酸酯类都可以完全提取出来, 以水为溶剂, 不仅可以提取水溶性成分, 而且原料中的脂溶性物质(阿魏酸)也可以在水中乳化, 从而萃取出来。

权 利 要 求 书

1. 一种萃取方法，其特征在于，包括以下步骤：

原料粉碎浸泡，在 25MPa—35MPa 压力范围内，在 18KHz—33KHz 频率范围内非线性振动下，以水为溶剂，在 0℃—50℃温度条件下进行萃取，即可得到含有原料活性组分的萃取液。

2. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，所述萃取温度为 20℃—50℃。

3. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，所述萃取时间为 1—3 小时。

4. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，所述原料与水溶剂的质量比为 1：3—5。

5. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，所述原料是中药或植物。

6. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于进一步包括将所述萃取液直接进行液体包装的步骤。

7. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于进一步包括将所述萃取液进行浓缩、干燥处理的步骤。

8. 一种萃取装置，其包括萃取罐，该萃取罐具有罐体和顶盖，密封罐体和顶盖的密封结构，以及可向罐体输入水和输出萃取液的管道接口；其特征在于该装置还具有与萃取罐相连，使萃取罐内部保持 100Mpa 以下高压的高压泵；在萃取罐内部设置有原料罐和发出振动频率在 18KHz—33KHz 范围内的非线性振动装置；所述顶盖上设有一出气孔和一导线连接孔，该出气孔与一密封阀相连，通过该导线连接孔可将所述非线性振动装置与萃取罐的外部电源相连；一供水系统与所述输入水的管道接口相连，以向所述萃取罐输入水；一料泵与一料液罐通过输出萃取液的管道接口和所述萃取罐相连接。

9. 如权利要求 8 所述的装置，其特征在于所述非线性振动装置是一串由多个可发出非线性振动的振动器组成，相邻振动器的轴线相互异面垂直，所述非线性振动器具有两端头部，该端头部具有呈球面的输出曲

面，在两端头部之间设有振动片，在振动片的外部设有绝缘层，一导线连接振动片和萃取罐的外部电源。

10. 如权利要求 8 或 9 所述的装置，其特征在于所述原料罐为一圆筒形支架，其外侧包裹有一滤布袋，在支架顶端的中央处设置有一悬挂所述非线性振动装置的吊钩。

11. 如权利要求 8 或 9 所述的装置，其特征在于所述密封结构为卡箍件和一位于罐体和顶盖之间的密封垫圈，所述罐体外侧还设有使萃取罐内液体循环的循环泵。

12. 如权利要求 8 或 9 所述的装置，其特征在于所述萃取罐的外部还具有有一使萃取罐内温度处于 $20^{\circ}\text{C} - 50^{\circ}\text{C}$ 的温控装置。

13. 如权利要求 12 所述的装置，其特征在于所述温控装置为一处于萃取罐的外部的保温加热层。

14. 如权利要求 8 或 9 所述的装置，其特征在于该供水系统具有水处理器以及向萃取罐输入液体的水泵。

15. 如权利要求 8 或 9 所述的装置，其特征在于所述萃取罐通过输出萃取液的管道接口和一料泵与一料液罐相连接。

16. 如权利要求 11 所述的装置，其特征在于所述循环泵为磁力泵。

17. 如权利要求 8 或 9 所述的装置，其特征在于所述顶盖上的密封阀还与一空气压缩机相连。

18. 如权利要求 8 所述的装置，其特征在于所述装置还包括一与所述料液罐相连接的浓缩系统。

19. 如权利要求 18 所述的装置，其特征在于所述的浓缩系统为一超声雾化装置，其包括设在顶部的空气过滤器，中部的雾化室，位于雾化室下方的集气室和排气风机，在雾化室中设置多个超声波发生器，在雾化室侧壁上设有用来输入萃取液的进液口和排出浓缩液的出液口。

图 1

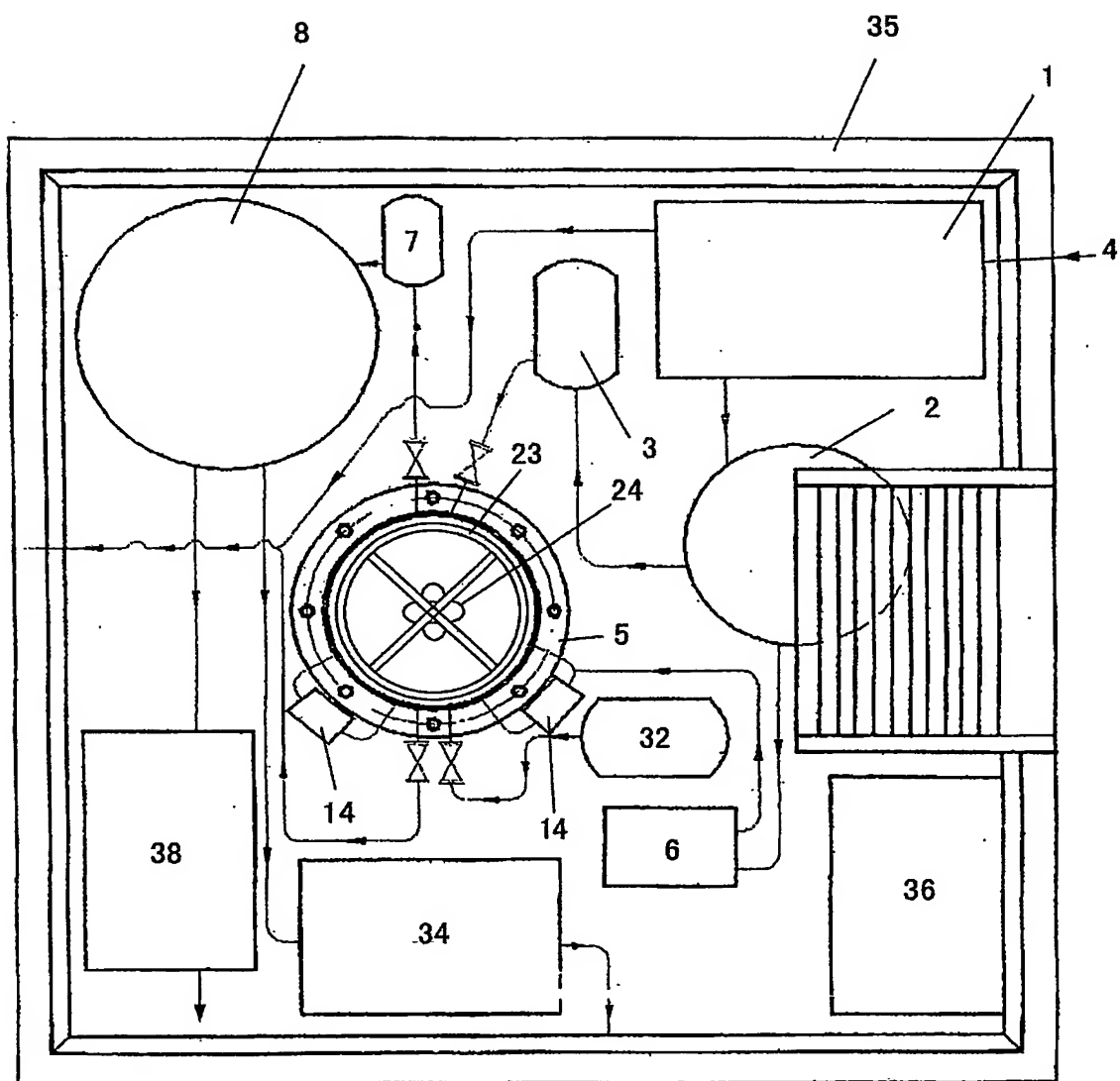


图 2

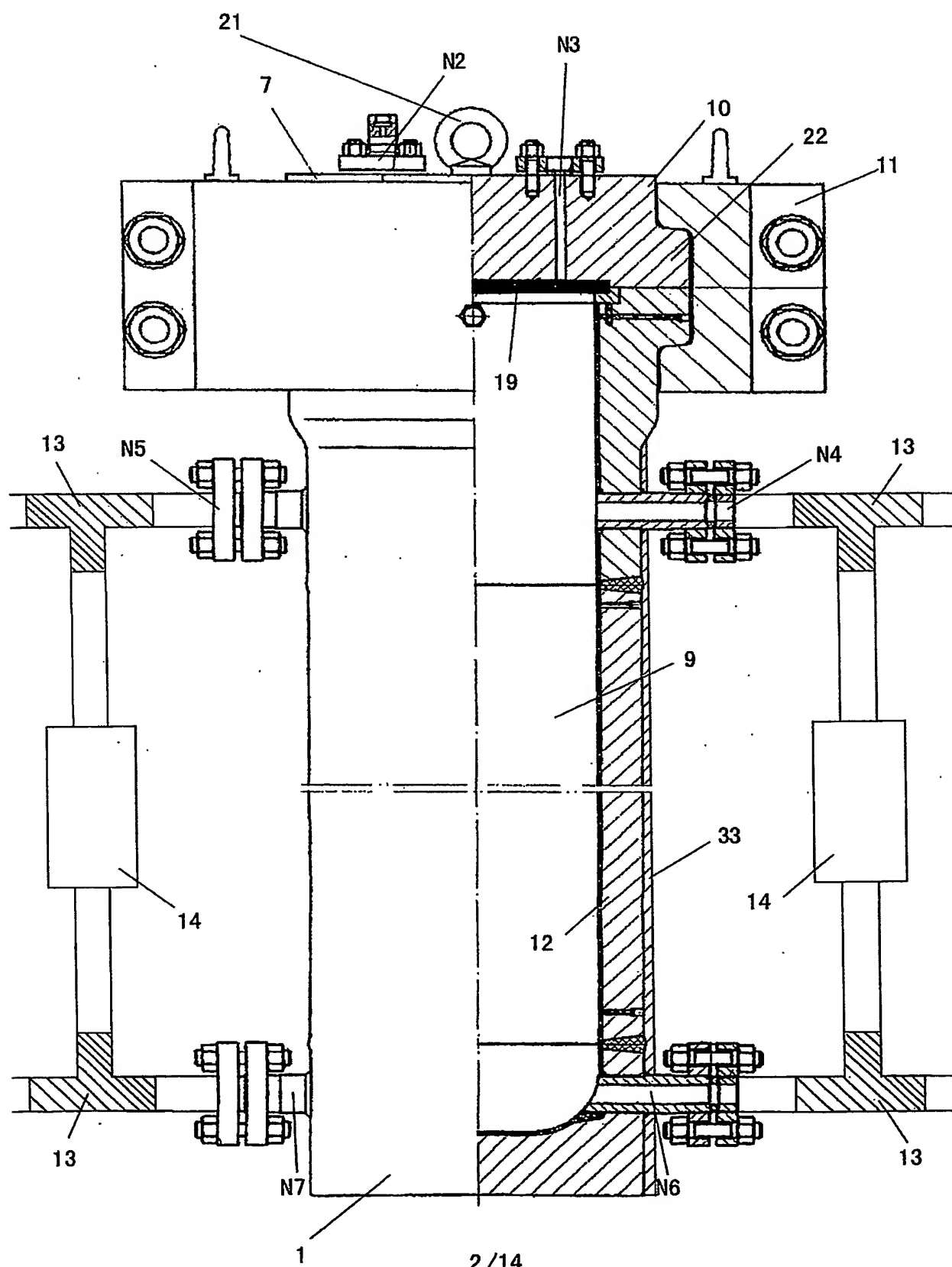


图 3

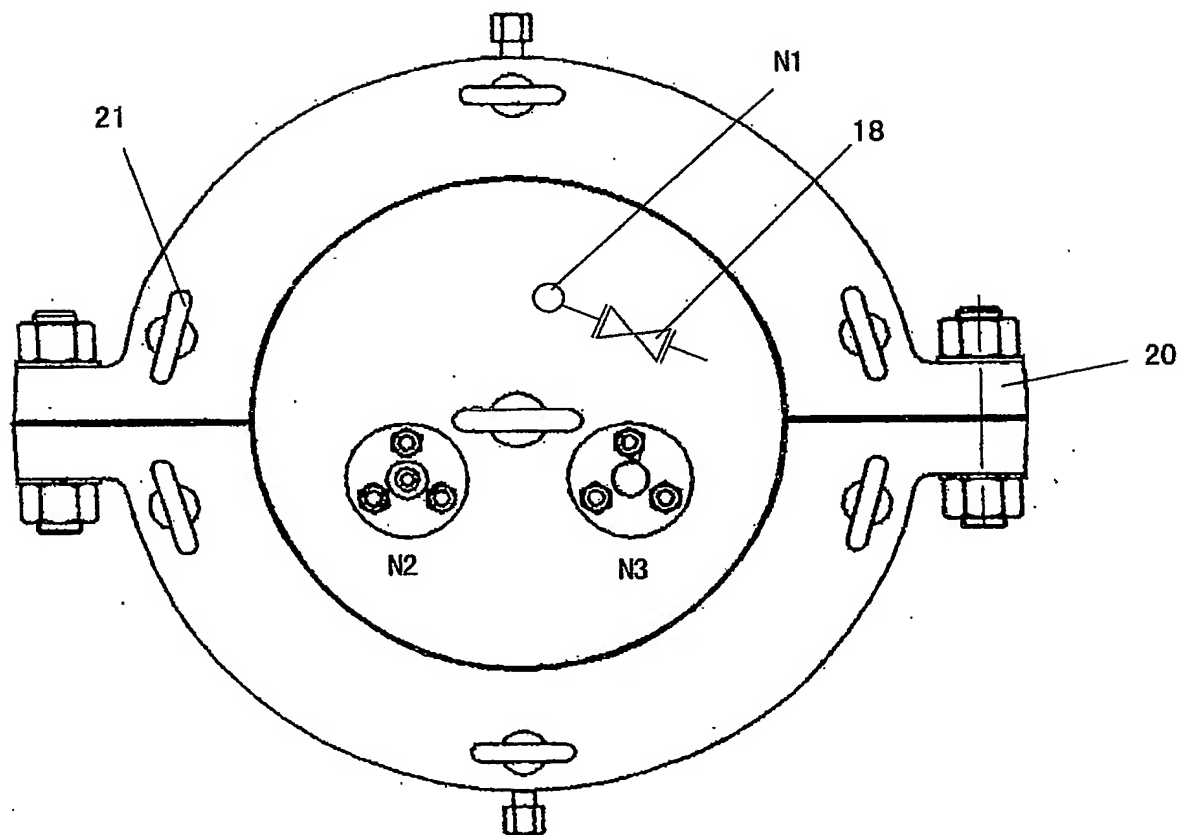


图 4

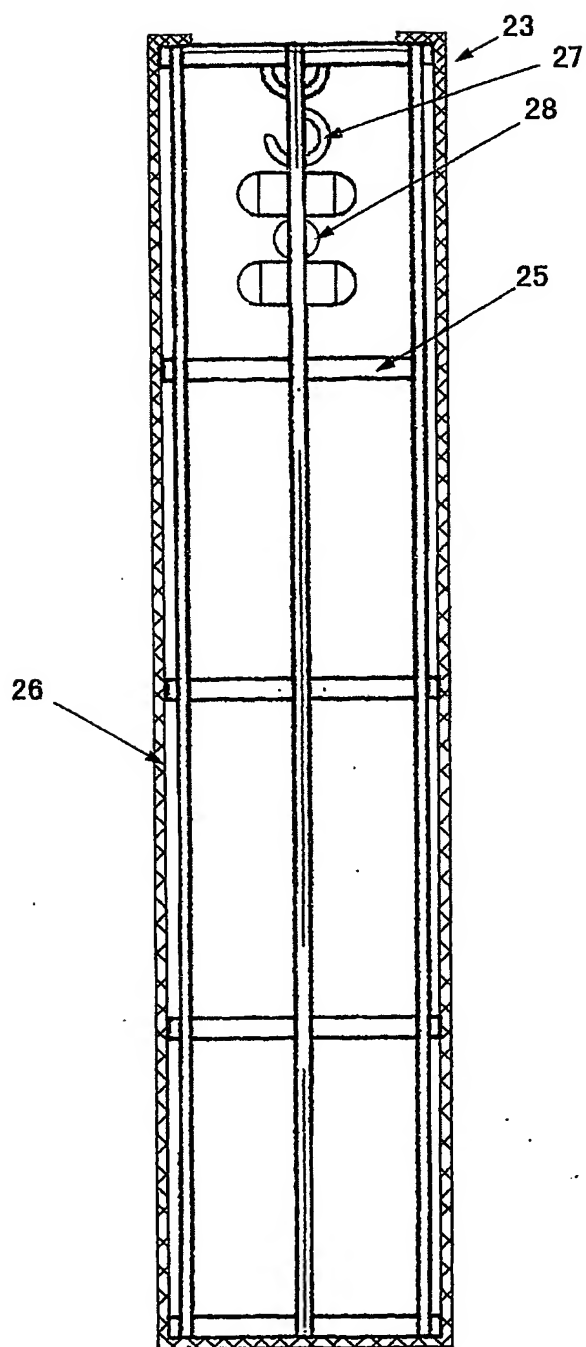


图 5

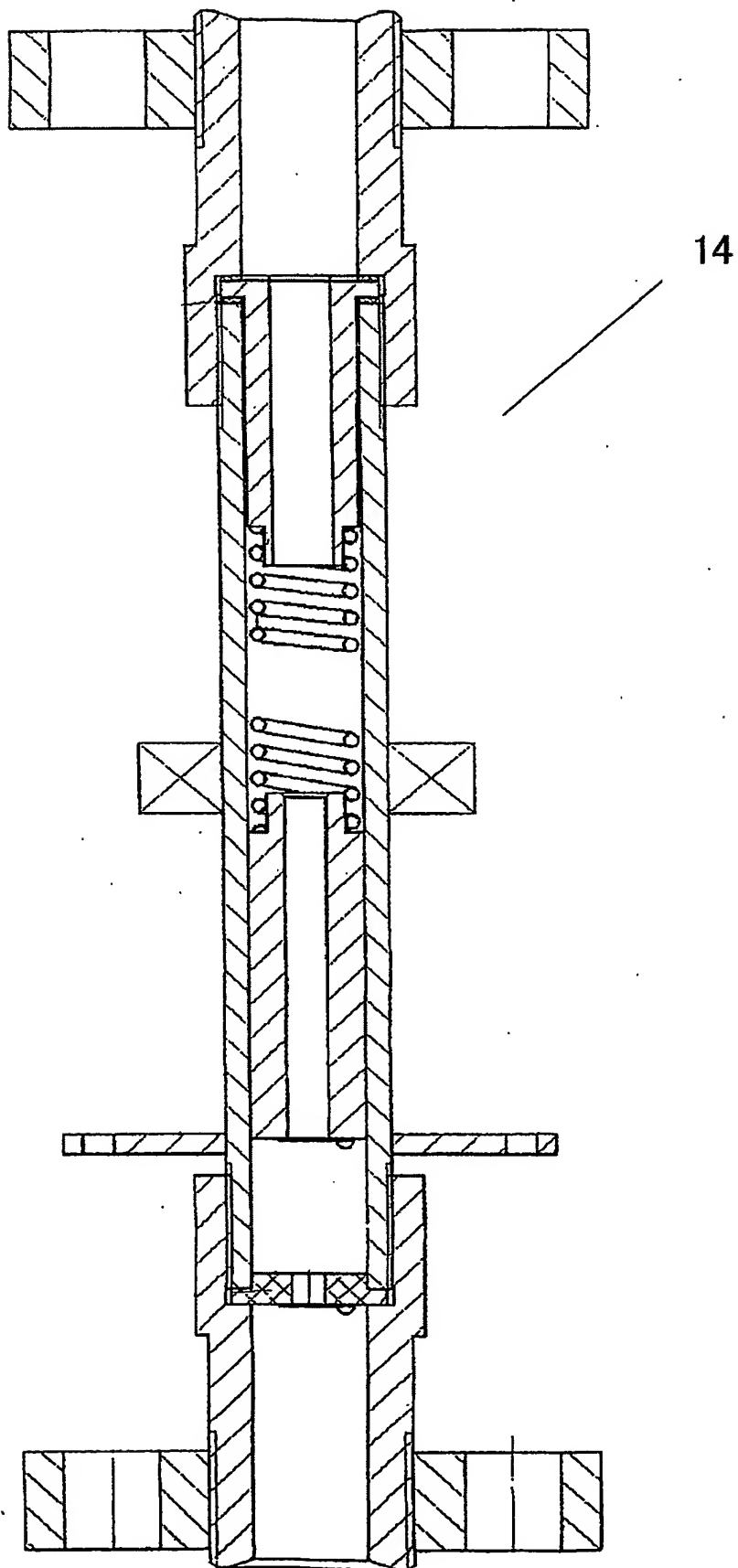
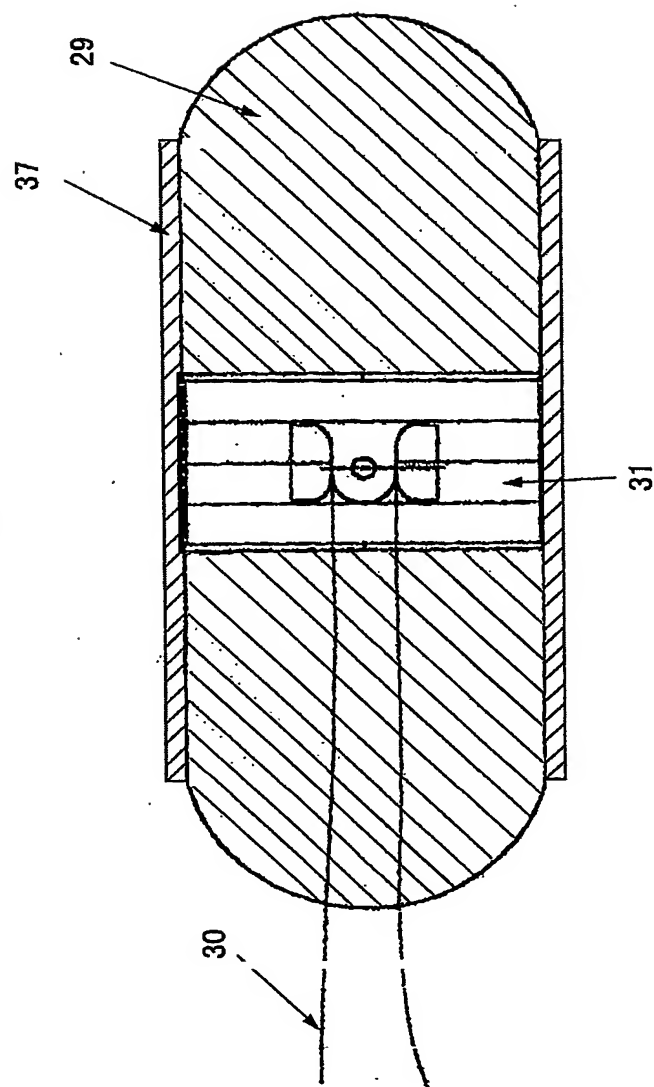


图 6



图 7



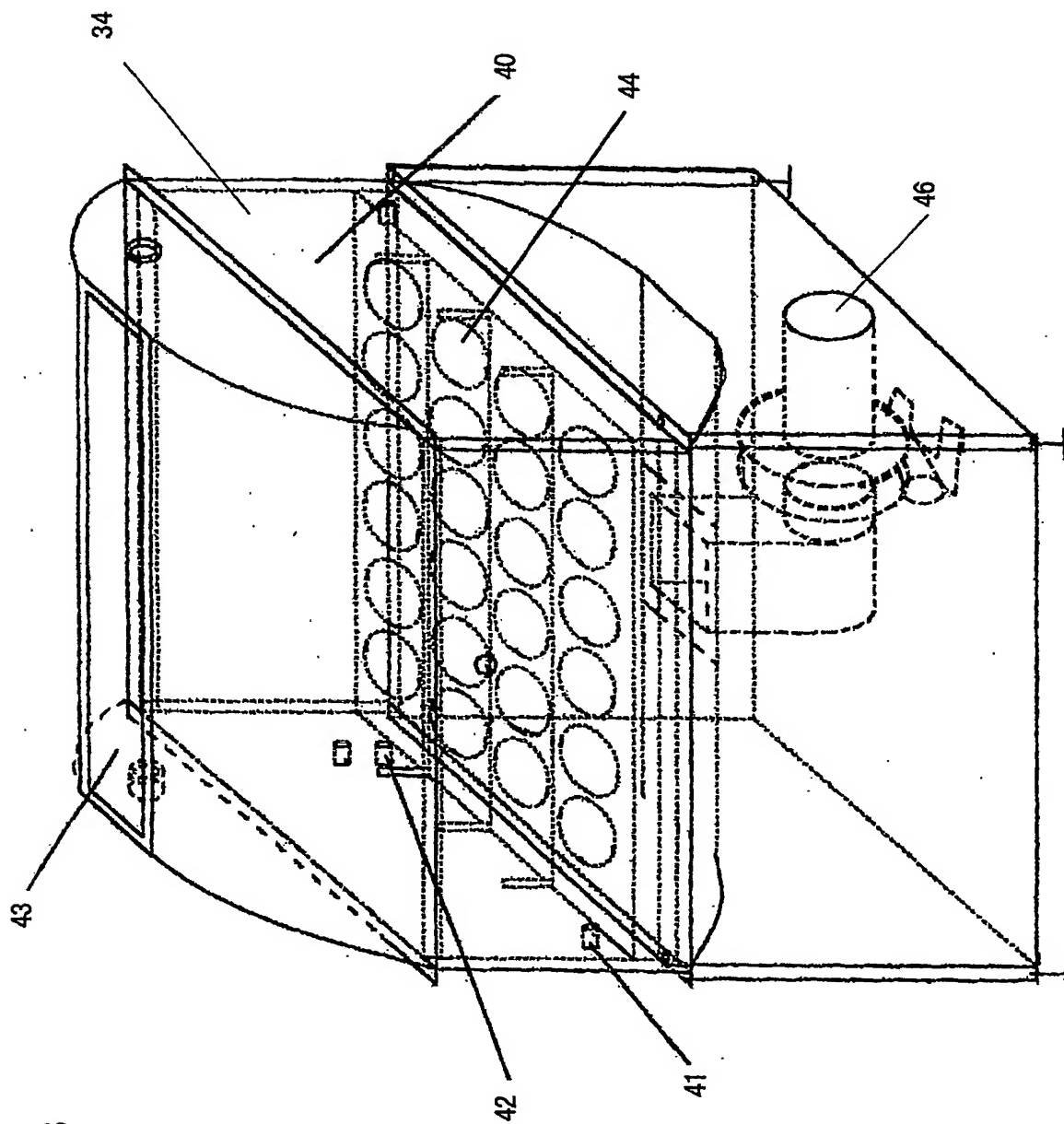


图 8

图 9

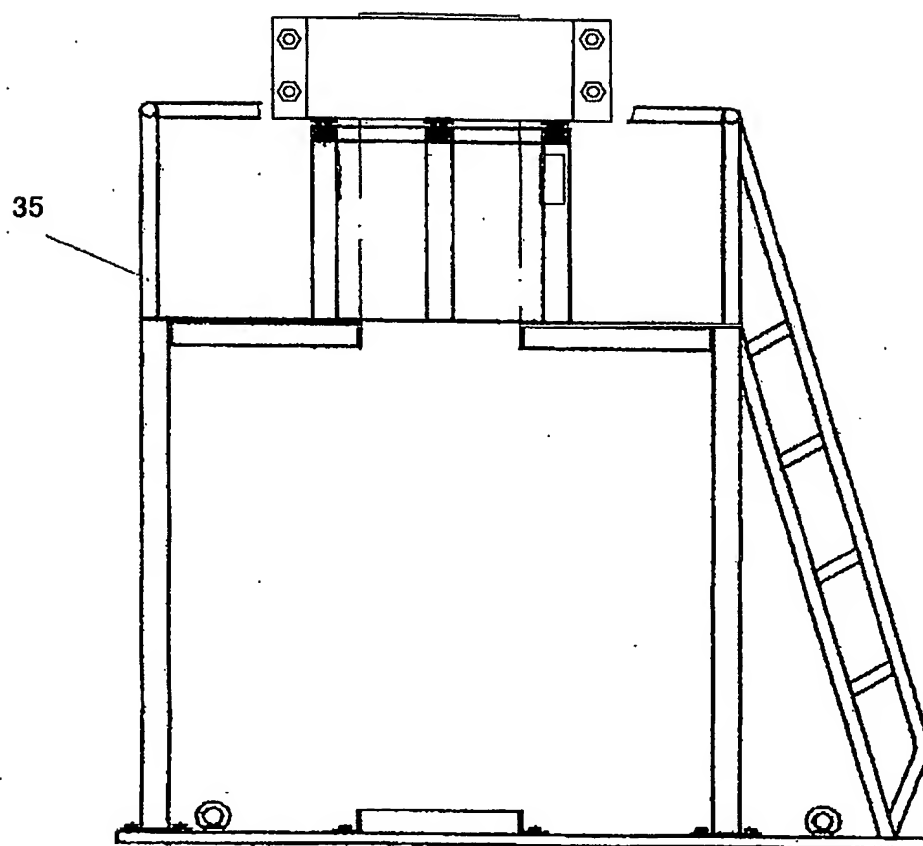
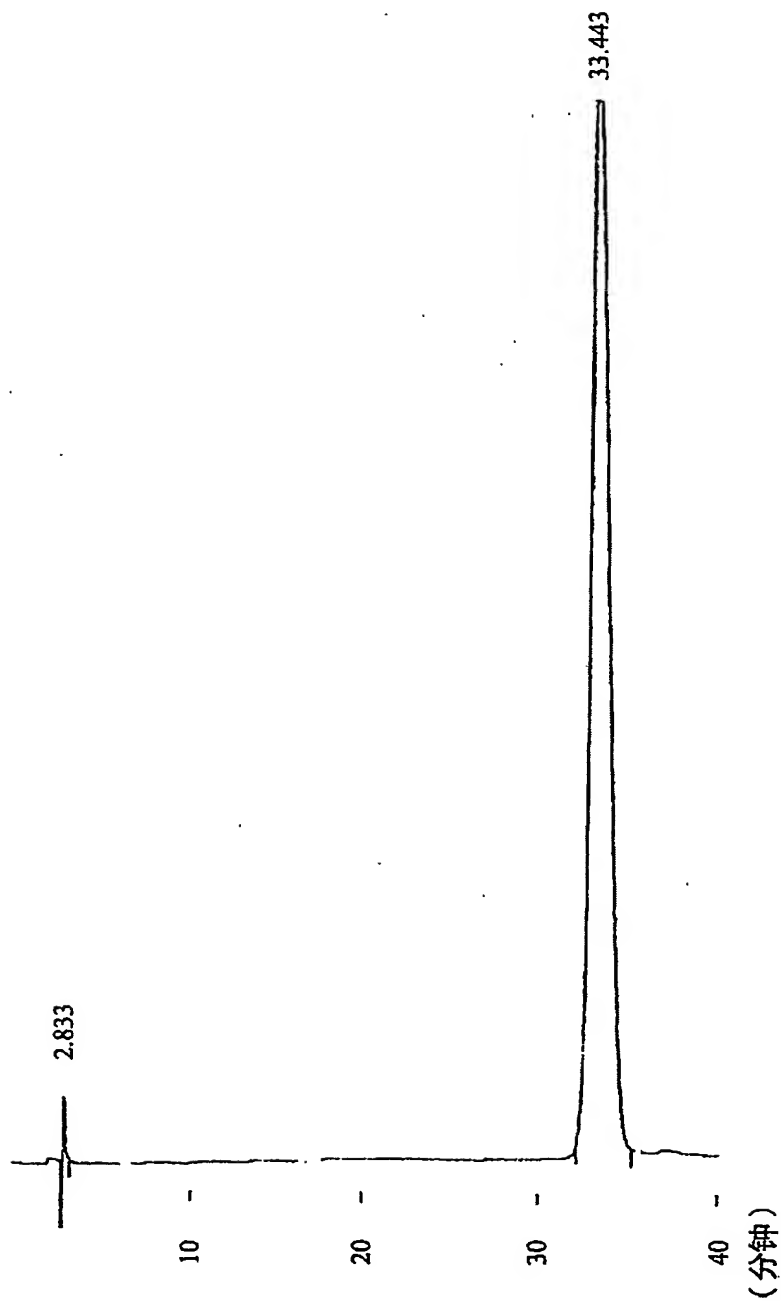


图 10



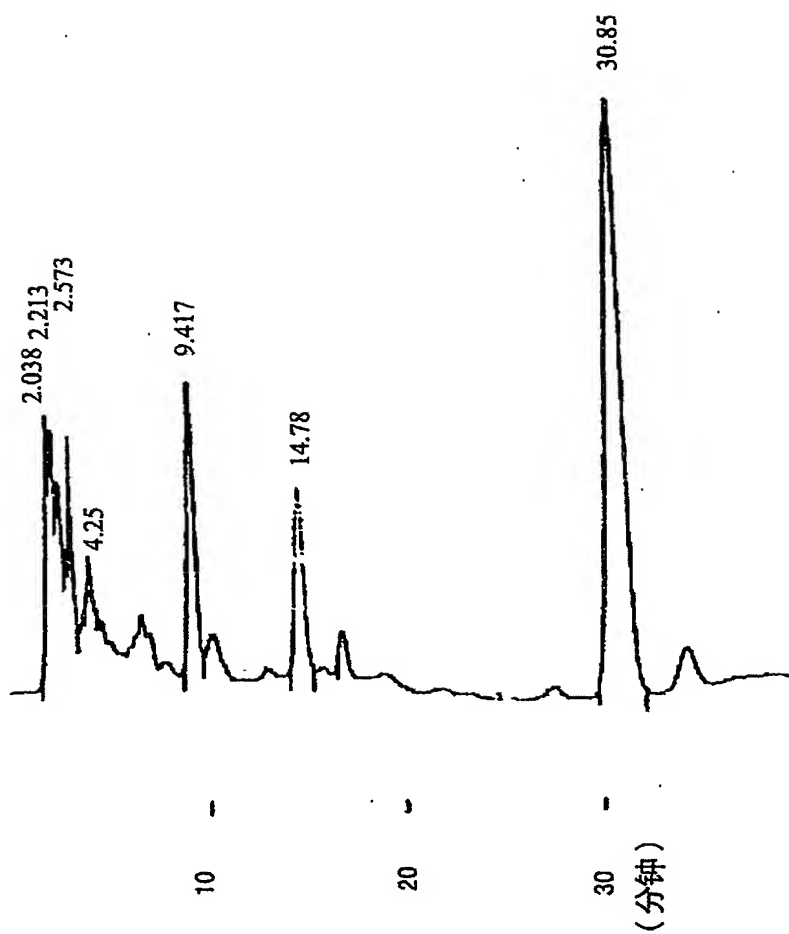


图 11

图 12

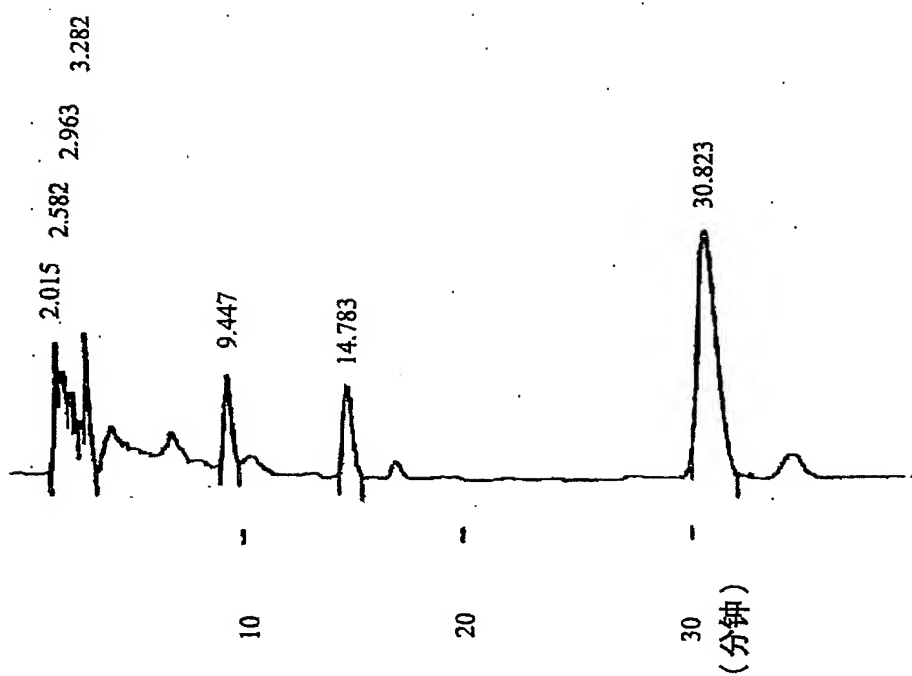


图 13

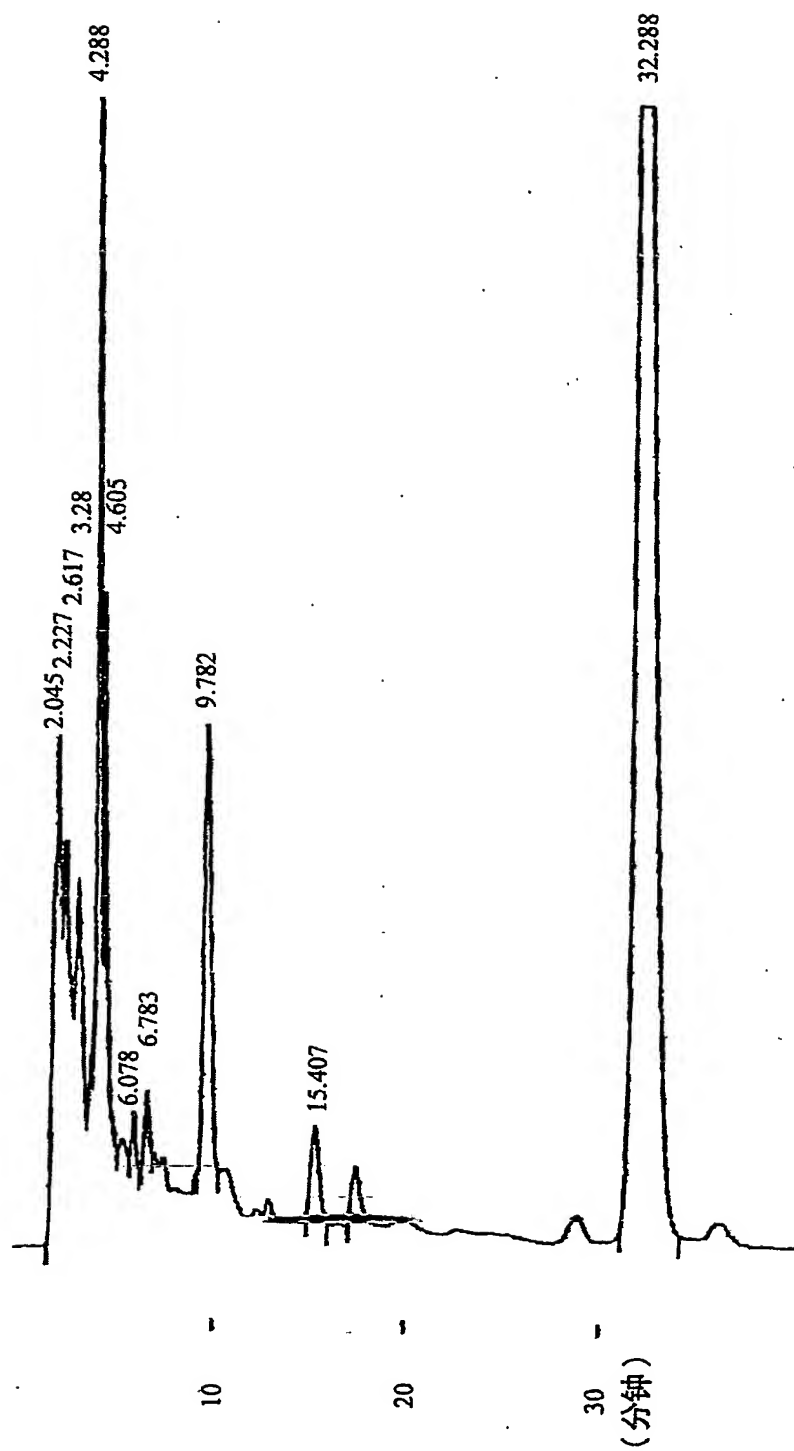
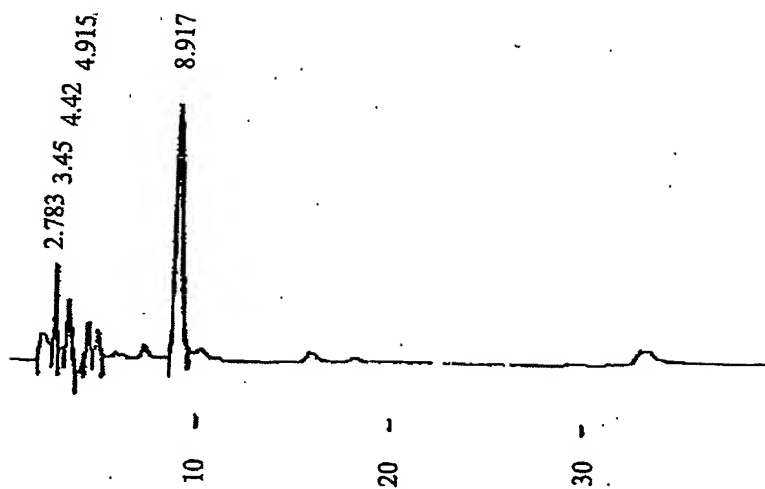


图 14



INTERNATIONAL SEARCH REPORTInternational application No.
PCT/CN2004/000161**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**

IPC 7 B01D 11/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 B01D11/00, 11/02, 11/04, B01F11/02, B01J19/10

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPI, EPODOC, PAJ, CNPAT, CNKI

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	CN1435270A (Ge Song shan) 13. Aug 2003 (2003-08-13) , See full text	1-19
A	GB2004197A (HALLE RATIONALISIERUNG VEB) 28. March 1979 (1979-03-28) , See full text	1-19
A	JP62-194436A (SUMITOMO ELECTRIC IND CO) 26. Aug 1987 (1987-08-26) , See full text	1-19
A	US6352644B1 (ENERGY & ENVIRONMENTAL RES CT) 5. March 2002 (2002-03-05) , See full text	1-19

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim (S) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
25. Aug 2004

Date of mailing of the international search report

Name and mailing address of the ISA/CN
6 Xitucheng Rd., Jimen Bridge, Haidian District,
100088 Beijing, China
Facsimile No. 86-10-62019451Authorized officer
Dong Xiao jing
Telephone No. (86-10) 62084754

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/CN2004/000161

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	Chemical Research and Application, Vol.14, No.3, Jun.2002, ZENG Li and XIA Zhining, The improvement and influence of ultrasonic and microwave irradiation on the extraxtion of traditional Chinese medicine, pages 245-249 See full text	1-19
A	ACTA ACUSTICA, Vol.20, No.6, Nov. 1995, ZHU Zhemín and DU Gonghuan Strong acoustic nonlinearity of bubbly liquids, page 425-431 See Chapter 1: Introduction	1-19

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CN2004/000161

Patent document Cited in search report	Publication Date	Patent family Member(s)	Publication Date
CN1435270A	2003-08-13	None	
GB2004197A	1979-03-28	DE2836676A	1979-03-22
		GB2004197B	1987-07-01
		NL7809469A	1979-03-21
		FR2403385A	1979-05-18
		JP54074275A	1979-06-14
		DD139342A	1979-12-27
		AT7806127A	1981-05-15
		IT1174337B	1987-07-01
JP62-194436A	1987-08-26	None	
US6352644B1	2002-03-05	None	

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2004/000161

A. 主题的分类

IPC 7 B01D11/02

按照国际专利分类表(IPC)或者同时按照国家分类和 IPC 两种分类

B. 检索领域

检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)

IPC 7 B01D11/00, 11/02, 11/04, B01F11/02, B01J19/10

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))

WPI, EPODOC, PAJ, CNPAT, CNKI

C. 相关文件

类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
A	CN1435270A (葛松山) 13.8 月 2003 (2003-08-13), 参见全文	1-19
A	GB2004197A (HALLE RATIONALISIERUNG VEB) 28.3 月 1979 (1979-03-28), 参见全文	1-19
A	JP62-194436A (SUMITOMO ELECTRIC IND CO) 26.8 月 1987 (1987-08-26), 参见全文	1-19
A	US6352644B1 (ENERGY & ENVIRONMENTAL RES CT) 5.3 月 2002 (2002-03-05), 全文	1-19

☒ 其余文件在 C 栏的续页中列出。

☒ 见同族专利附件。

* 引用文件的具体类型:

"A" 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

"E" 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

"L" 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件

"O" 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

"P" 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件

"T" 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件

"X" 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性

"Y" 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性

"&" 同族专利的文件

国际检索实际完成的日期

25.8 月 2004

国际检索报告邮寄日期

09. 9月 2004 (09. 09. 2004)

中华人民共和国国家知识产权局(ISA/CN)

中国北京市海淀区蓟门桥西土城路 6 号 100088

传真号: (86-10)62019451

受权官员

董晓静

电话号码: (86-10)62084754



C(续). 相关文件

类 型	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
A	化学研究和应用, 第 14 卷第 3 期, 2002 年 6 月, 曾里、夏之宁, 超声波和微波对中药提取的促进和影响, 第 245-249 页 参见全文	1-19
A	声学学报, 第 20 卷第 6 期, 1995 年 11 月, 朱哲民、杜功焕, 含气泡水的强非线性声学特性, 第 425-431 页 参见第一部分引言	1-19

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号
PCT/CN2004/000161

检索报告中引用的 专利文件	公布日期	同族专利	公布日期
CN1435270A	2003-08-13	无	
GB2004197A	1979-03-28	DE2836676A	1979-03-22
		GB2004197B	1987-07-01
		NL7809469A	1979-03-21
		FR2403385A	1979-05-18
		JP54074275A	1979-06-14
		DD139342A	1979-12-27
		AT7806127A	1981-05-15
		IT1174337B	1987-07-01
JP62-194436A	1987-08-26	无	
US6352644B1	2002-03-05	无	